

Письменный отзыв официального рецензента на диссертационную работу
Сарсембекова Турара Кусмановича
на тему

«Разработка технологии извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана»
на соискание степени доктора философии (PhD)
по образовательной программе 6D070900 – Металлургия

№ п/п	Критерии	Соответствие критерии (необходимо отметить один из вариантов ответов)	Обоснование позиции официального рецензента
1.	Тема диссертации (на дату ее утверждения) Соответствует направлениям развития науки или государственным программам	1.1 Соответствие приоритетным направлениям развития науки или государственным программам: 1) <u>Диссертация выполнена в рамках проекта или целевой программы, финансируемого(ой) из государственного бюджета</u> 2) Диссертация выполнена в рамках другой государственной программы (указать название программы) 3) Диссертация соответствует приоритетному направлению развития науки, утвержденному Высшей научно- технической комиссией при Правительстве Республики Казахстан (указать направление)	Диссертационная работа соответствует приоритетному направлению развития науки: «Экология, окружающая среда и рациональное природопользование». Исследования, приведенные в настоящей диссертации, были выполнены в рамках проекта «Жас ғалым» AP22686490 (2024–2026 гг.) — «Титан бар шикізатты хлормен өңдеу кезінде ниобий алу», где ведутся научные разработки автора в качестве постдокторанта и руководителя проекта.
2.	Важность для науки	Работа <u>вносит</u> /не вносит существенный вклад в науку, а ее важность <u>хорошо</u> <u>раскрыта</u> /не раскрыта	Результаты диссертационной работы существенно продвигают фундаментальные и прикладные аспекты металлургии ниобия в цепочке производства тетрахлорида титана (TiCl ₄). Автором раскрыты новые принципы управления переносом и фиксацией ниобия в системах Fe–Ti–O и в хлоридно-оксихлоридной среде хлорирования: показана эволюция форм Nb при смене веток FeO/Fe ₂ O ₃ и температур, обоснована двухмодальная локализация (раствор в Ti-оксидной матрице и локальные обогащения в рутильных ламеллах/микродоменах HFSE) и предложены инженерные способы смещения равновесия Nb в сторону образования хлоридных фаз на стадии конденсации за счёт регулировки технологических параметров. Установлены механизмы влияния сопутствующих компонентов (Zr, Fe, Al, Si,

			Ca, Mg, Na/K) на удержание Nb в окси-/хлоридных формах и на его аккумуляцию в пульпе оросительного скруббера, что дополняет научные представления о физико-химических взаимодействиях в высокотемпературных оксидно-хлоридных системах и межфазных переходах «парогаз — жидкость — твёрдая фаза». Полученные результаты по устойчивости фаз Nb(V) и по межфазной структуре твёрдого остатка после двухстадийного упаривания и прокала расширяют возможности моделирования и оптимизации промышленных процессов: они задают операционные окна (влажность/ ΔT в конденсации, $T-t$ прокала, последовательность кислот/экстракции) для надёжного возврата $TiCl_4$ и целевой селективности в последующей гидрометаллургии (ТВР-экстракция и др.). Тем самым работа создаёт новую научно-методическую основу для проектирования и модернизации участков $TiCl_4$ с попутным получением ниобийсодержащих продуктов.
3.	Принцип самостоятельности	Уровень самостоятельности: 1) <u>Высокий</u> 2) Средний 3) Низкий 4) Самостоятельности нет	Автор диссертационной работы продемонстрировал высокий уровень самостоятельности на всех этапах исследования. Соискателем сформулированы цель и задачи, обоснован выбор целевого объекта извлечения (пульпа оросительного скруббера), разработаны и реализованы методические подходы (термодинамическое моделирование HSC; план и проведение TG/DSC, XRD, SEM-EDS/WDS), спроектирован и рассчитан узел отбора и двухстадийного упаривания с возвратом $TiCl_4$, подготовлены материальные балансы и экономические оценки. Обработку и интерпретацию экспериментальных и расчётных данных автор выполнил самостоятельно; результаты представлены в публикациях и докладах.
4.	Принцип внутреннего единства	4.1 Обоснование актуальности диссертации: 1) <u>Обоснована;</u> 2) Частично обоснована; 3) Не обоснована.	Актуальность диссертационной работы обусловлена необходимостью повышения эффективности и ресурсосбережения в цепочке производства тетрахлорида титана ($TiCl_4$) путём целенаправленного извлечения ниобия из техногенных потоков, прежде всего из пульпы оросительного скруббера. В условиях усложнения сырьевой базы и ужесточения экологических требований промышленности возрастает значение технологий, которые одновременно снижают потери целевого продукта ($TiCl_4$), минимизируют образование опасных отходов и монетизируют критически важные элементы (Nb) как побочный продукт основного передела.

		Промышленная практика хлорирования титансодержащего сырья сталкивается с рядом проблем: накоплением ниобия в форме (окси)хлоридов в газо-жидкостных контурах, гидролизом хлоридов при некорректной конденсации, коррозией конденсаторов и потерями $TiCl_4$ в побочных потоках. Диссертация посвящена созданию инженерно обоснованной технологии: управляемый отбор пульпы по целевому содержанию Nb_2O_5, двухстадийное упаривание с возвратом $TiCl_4$ в основной контур, последующая прокал-стабилизация твёрдого остатка и селективная гидрометаллургическая переработка до ниобийсодержащего продукта. Показано, что такая конфигурация решает сразу несколько задач: (I) обеспечивает надёжность и воспроизводимость работы хлорирующей установки (сухой газовый режим, заданный ΔT конденсации), (II) формирует поток с повышенным содержанием Nb для экономически оправданного извлечения, (III) снижает техногенную нагрузку (замыкание контуров, сокращение потерь $TiCl_4$). Тем самым актуальность исследования полностью обоснована, а логика целей, задач, методов и полученных результатов соответствует принципу внутреннего единства диссертационной работы.
	4.2 Содержание диссертации отражает тему диссертации: 1) Отражает; 2) частично отражает; 3) не отражает.	Диссертация полностью соответствует заявленной теме — разработке технологии извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана ($TiCl_4$) — и имеет внутреннюю логическую целостность. Структура (введение, разделы 2–7, заключение, приложения) последовательно раскрывает цели и задачи: от термодинамики и минералогии до узла и режимов, материальных балансов и экономических ориентиров. В работе рассмотрены: (I) поведение Nb в системах Fe–Ti–O и в хлоридно-оксихлоридной среде; (II) выбор целевого потока — пульпы оросительного скруббера; (III) технологическая схема с управляемым отбором по 16–20% Nb_2O_5, двухстадийным упариванием с возвратом $TiCl_4$, прокалом и селективной гидрометаллургией; (IV) вопросы коррозии, безопасности и экологии. Ключевые подтверждения полноты раскрытия темы: - термодинамика и локализация Nb согласованы с XRD и SEM-EDS/WDS;

		- технологическая схема и режимы обоснованы экспериментально; - матбаланс и метрики: концентрат ~19.5% Nb; извлечение ≈23.84%; возврат $TiCl_4 \geq 95\%$.
	4.3 Цель и задачи соответствует теме диссертации 1) <u>Соответствуют;</u> 2) Частично соответствуют; 3) Не соответствуют.	Поставленные в диссертационной работе цель и задачи полностью соответствуют её теме — разработке технологии попутного извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана ($TiCl_4$) с фокусом на пульпе оросительного скруббера. Полнота решения обеспечена комплексным подходом: от термодинамики и минералогии до узла и режимов, материальных балансов и экономической оценки. В ходе реализации задач получены результаты, подтверждающие соответствие цели теме диссертации: - Проведён термодинамический анализ поведения Nb и сопутствующих элементов в системах Fe–Ti–O и в хлоридно-оксихлоридной среде; выявлены условия образования и удержания (окси)хлоридов ниобия и их аккумуляции в пульпе ОС. - Разработан и экспериментально обоснован способ отбора и переработки пульпы ОС: двухстадийное упаривание (дистилляционный куб → тигельная печь) с возвратом $TiCl_4 \geq 95\%$, последующий прокат и селективная гидрометаллургия до ниобийсодержащего продукта. - Предложена эффективная аппаратурно-технологическая схема, включающая сухой газовый режим и управляемый профиль конденсации; обоснованы операционные окна параметров (сухость/ΔT конденсации, T–t прокала, последовательность кислот и О/А в экстракции). - Получены производственные метрики: концентрат ~19.5% Nb, извлечение Nb ≈23.84% в сухой остаток, потенциал годового сбора Nb-продукта на уровне единиц тонн; подтверждена воспроизводимость на лабораторно-укрупнённых испытаниях.
	4.4. Все разделы и положения диссертации логически взаимосвязаны: 1) <u>полностью взаимосвязаны;</u> 2) взаимосвязь частичная; 3) взаимосвязь отсутствует.	Разделы и научные положения между собой логически взаимосвязаны и обладают единством. Прослеживается единая линия экспериментальных и аналитических данных, направленных на достижение цели работы.
	4.5. Предложенные автором новые решения (принципы, методы) аргументированы и	Автором проведён системный критический обзор литературных и патентных источников по поведению Nb в цепочке $TiCl_4$,

		оценены по сравнению с известными решениями: 1) критический анализ есть; 2) анализ частичный; 3) анализ представляет собой не собственные мнения, а цитаты других авторов.	хлорированию титансодержащего сырья, межфазным переходам (окси)хлоридов и промышленным способам обращения с побочными потоками (пульпа ОС, возгоны, расплав ПКС). Показано, что известные решения преимущественно фокусируются на нейтрализации/разбавлении побочных продуктов или на извлечении Nb из твёрдых шлаков высокореагентными схемами, что сопряжено с потерями $TiCl_4$, ростом коррозии и OPEX. Предложенная автором технология аргументирована и сопоставлена с альтернативами: введён управляемый отбор пульпы по триггеру 16–20% Nb_2O_5, реализовано двухстадийное упаривание (дистилляционный куб → тигельная печь) с сухим газовым режимом и заданным ΔT конденсации для возврата $TiCl_4 \geq 95\%$ и минимизации гидролиза $NbCl_5$; далее прокал-стабилизация твёрдого остатка и селективная ГМ-схема. Отличие от известных подходов — в комбинации режимов и организации материальных потоков, обеспечивающих технологическую устойчивость и экономичность. Аргументация новизны и превосходства над аналогами опирается на: (I) термодинамическое моделирование (HSC) и диаграммы устойчивости, (II) микроструктурный анализ (XRD, SEM-EDS/WDS) с подтверждением локализации Nb, (III) лабораторно-укрупнённые испытания узла с получением ориентировочных KPI (концентрат ~19.5% Nb; извлечение ~23.84%; возврат $TiCl_4 \geq 95\%$), (IV) экономическую оценку (снижение потерь $TiCl_4$, приемлемые CAPEX/OPEX). Сделаны корректные ссылки на предшествующие разработки и ясно сформулированы отличительные признаки предлагаемой технологии.
5.	Принцип научной новизны	5.1 Научные результаты и положения являются новыми? 1) полностью новые; 2) частично новые (новыми являются 25–75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Научная новизна диссертационной работы подтверждается следующими результатами: - Впервые для рассматриваемой технологической цепочки $TiCl_4$ разработан и обоснован способ попутного извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера на основе управляемого отбора по триггеру 16–20% Nb_2O_5 и двухстадийного упаривания (дистилляционный куб → тигельная печь) с сухим газовым режимом и заданным ΔT конденсации, обеспечивающим возврат $TiCl_4 \geq 95\%$ и минимизацию гидролиза Nb-(окси)хлоридов; далее

		— прокал-стабилизация и селективная гидрометаллургия до Nb-концентрата. - Впервые выполнено термодинамическое картирование поведения Nb и сопутствующих элементов в системах Fe–Ti–O / Cl₂ с учётом веток $\text{FeO} \leftrightarrow \text{Fe}_2\text{O}_3$, показана эволюция форм (раствор в TiO₂-матрице → Nb-обогащённый рутил → отдельные ниобаты) и обоснованы условия аккумуляции Nb в пульпе ОС. - Впервые экспериментально подтверждена «двухмодальная» локализация Nb в исходном ильмените и титановых шлаках (фон в оксидной матрице + локальные обогащения в рутильных ламеллах/HFSE-микродоменах) с увязкой на операционные решения по отбору и переработке пульпы. - Впервые сформулированы и проверены рабочие диапазоны параметров для узла (точка росы/ΔT конденсации; режим T–t прокала; последовательность кислот и О/А в экстракции), обеспечивающие целевые KPI процесса (концентрат ~19.5% Nb; извлечение ≈23.84% в сухой остаток) при сохранении стабильности выпуска TiCl₄. Совокупность результатов расширяет научные представления о фазовой устойчивости и межфазных переходах соединений Nb в оксидно-хлоридных системах и формирует методическую основу для интеграции Nb-извлечения в промышленные линии производства TiCl₄.
	5.2 Выводы диссертации являются новыми? 1) <u>полностью новые</u>; 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Выводы диссертационной работы являются новыми и обладают высокой практической значимостью. - Сформулированы и верифицированы положения о механизме локализации и эволюции форм Nb в системах Fe–Ti–O и в хлоридно-оксихлоридной среде хлорирования; показаны условия целенаправленного переноса и фиксации Nb в пульпе оросительного скруббера. - Разработаны рекомендации по управлению рабочими диапазонами параметров двухстадийного упаривания и конденсации (сухой газовый режим, контроль точки росы и ΔT, T–t прокала), обеспечивающие возврат TiCl₄ ≥95% и перевод нестойких оксихлоридов Nb в стабильные оксидные формы. - Экспериментально подтверждена эффективность технологической схемы (управляемый отбор пульпы по 16–20% Nb₂O₅ → двухстадийное упаривание → прокал → селективная

			гидрометаллургия) с получением концентрата ~19.5% Nb и извлечением ≈23.84% Nb в сухой остаток. - Показана интегрируемость решения в существующие линии производства $TiCl_4$ без значительных капитальных вложений за счёт дооснащения стандартными узлами (дистилляционный куб, каскад конденсаторов, тигельная печь, узел прокала) и использования имеющейся инфраструктуры, что улучшает технико-экономические показатели и снижает потери $TiCl_4$.
		5.3 Технические, технологические, экономические или управленческие решения являются новыми и обоснованными: <u>1) полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	На основании полученных экспериментальных и технологических данных автор впервые для цепочки $TiCl_4$ разработан интегрированный способ попутного извлечения ниобия из пульпы оросительного скруббера, включающий: управляемый отбор по триггеру 16–20% Nb_2O_5, двухстадийное упаривание (дистилляционный куб → тигельная печь) с сухим газовым режимом и заданным ΔT конденсации для возврата $TiCl_4 \geq 95\%$ и подавления гидролиза, последующий прокал с переводом нестойких оксихлоридов в стабильные оксидные формы Nb(V) и селективную гидрометаллургию до ниобийсодержащего продукта (промывка → $HCl/H_2SO_4/HF$ → экстракция, напр. TBP). Предложена технологическая схема и компоновка узла с указанием рабочих диапазонов параметров (точка росы/ΔT, T–t прокала, соотношения фаз и O/A), а также алгоритм управления (обратная связь по содержанию Nb в пульпе, расходам и температуре), обеспечивающие стабильность фазоразделения и воспроизводимость показателей (концентрат ~19.5% Nb; извлечение ≈23.84%). Экономическая и организационная обоснованность подтверждена возможностью реализации на существующей инфраструктуре (конденсация/упаривание/прокал) без значительных капитальных вложений, идентифицированы ключевые драйверы OPEX (энергия на упаривание, реагенты, коррозия). Решения пригодны для промышленного внедрения на действующих линиях производства $TiCl_4$.
6.	Обоснованность основных выводов:	Все основные выводы <u>основаны</u> /не основаны на весо м ых с научной точки зрения доказательствах либо достаточно хорошо обоснованы	Выводы диссертационной работы сделаны на основе комплекса физико-химических исследований и инженерных расчётов и не противоречат теоретическим и практическим закономерностям металлургии титана и редких металлов. Применены согласованные методы: термодинамическое моделирование (HSC), TG/DSC, XRD,

			SEM-EDS/WDS, расчёты материальных балансов и оценка технико-экономических показателей. Элементы тривиальности отсутствуют; результаты получены с использованием современного оборудования и воспроизводимых процедур.
7.	Основные положения, выносимые на защиту	Необходимо ответить на следующие вопросы по каждому положению в отдельности: Положение 1: <u>Результаты термодинамического анализа рудотермической и хлорной переработки титансодержащего сырья.</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) <u>доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) <u>нет</u> 7.3 Является ли новыми? 1) <u>да;</u> 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) <u>широкий</u> 7.3 Доказано ли в статье? 1) <u>да;</u> 2) нет Положение 2: <u>Результаты минералого-фазового анализа титансодержащего сырья и промпродуктов, включая локализацию и распределение ниобия;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) <u>доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано	Все семь положений, выносимых на защиту, доказаны экспериментально и расчётно: 1. Результаты термодинамического анализа рудотермической и хлорной переработки титансодержащего сырья. Выполнено картирование устойчивости фаз и газопазных (окси)хлоридов в системах Fe-Ti-O/Cl₂, показаны условия образования и переноса соединений Nb, прогнозированы целевые точки аккумуляции (шлаки, возгоны, пульпа оросительного скруббера). 2. Результаты минералого-фазового анализа титансодержащего сырья и промпродуктов, включая локализацию и распределение ниобия. Подтверждена двухмодальная локализация Nb (раствор в Ti-оксидной матрице и локальные обогащения в рутильных ламеллах/HFSE-микродоменах); распределение Nb в ОШТХ, возгонах и расплавах ПКС показано методами XRD и SEM-EDS/WDS.

	7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 3: <u>Результаты лабораторного синтеза искусственного ильменита с повышенным содержанием ниобия и изучения его фазовых характеристик;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 4: <u>Результаты исследования количественного распределения ниобия при рудотермической восстановительной</u>	3. Результаты лабораторного синтеза искусственного ильменита с повышенным содержанием ниобия и изучения его фазовых характеристик. Получены образцы с контролируемым уровнем Nb; установлены пределы растворимости и влияние Nb на фазовый состав/структуру ильменита/рутиле-подобных фаз, а также на последующее хлорирование. 4. Результаты исследования количественного распределения ниобия при рудотермической восстановительной плавке ильменитового концентрата и при хлорной переработке титанового шлака. Составлены материальные балансы и показаны доли Nb по потокам (твёрдые остатки, конденсаты, пульпа ОС); идентифицирована пульпа ОС как целевой поток для извлечения.
--	---	---

	<u>плавке ильменитового концентрата и при хлорной переработке титанового шлака;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) <u>доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) <u>нет</u> 7.3 Является ли новыми? 1) <u>да;</u> 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) <u>широкий</u> 7.3 Доказано ли в статье? 1) <u>да;</u> 2) нет Положение 5: <u>Результаты разработки технологии получения ниобий содержащего продукта из промпродуктов хлорной переработки;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) <u>доказано</u> 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) <u>нет</u> 7.3 Является ли новыми? 1) <u>да;</u> 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий;	5. Результаты разработки технологии получения ниобийсодержащего продукта из промпродуктов хлорной переработки. Обоснована последовательность: управляемый отбор пульпы по 16–20% Nb_2O_5 → двухстадийное упаривание (дистилляционный куб → тигельная печь) при сухом газовом режиме и заданном ΔT → прокат с переводом нестойких оксихлоридов в стабильные оксидные формы $Nb(V)$ → селективная гидрометаллургия до ниобийсодержащего продукта (ориентир: ~19.5% Nb; извлечение $\approx 23.84\%$ в сухой остаток). 6. Результаты разработки аппаратурно-технологической схемы извлечения ниобийсодержащего продукта из пульпы оросительного скруббера хлорирующей установки. Предложена компоновка узла с возвратом $TiCl_4 \geq 95\%$, рабочими диапазонами параметров (точка росы/ΔT, $T-t$ прокала, соотношения фаз и О/А в экстракции), материалами исполнения и алгоритмом управления (обратная связь по содержанию Nb и расходам).
--	---	---

	2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 6: <u>Результаты разработки аппаратурно-технологической схемы извлечения ниобий содержащего продукта из пульпы оросительного скруббера хлорирующей установки;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да; 2) нет 7.3 Является ли новыми? 1) да; 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; 3) широкий 7.3 Доказано ли в статье? 1) да; 2) нет Положение 7: <u>Результаты экономической оценки внедрения переработки пульпы оросительного скруббера;</u> 7.1 Доказано ли положение? 1) доказано 2) скорее доказано 3) скорее не доказано 4) не доказано 7.2 Является ли тривиальным? 1) да;	7. Результаты экономической оценки внедрения переработки пульпы оросительного скруббера. Показаны CAPEX/OPEX-оценки, чувствительность к энерго- и реагентным расходам, ожидаемая окупаемость и положительный эффект за счёт снижения потерь $TiCl_4$ и монетизации Nb-потока; подтверждена интегрируемость решения в действующие линии без значительных капитальных вложений. Новизна подтверждается отсутствием в доступной литературе системных работ, где поведение Nb в оксидно-хлоридных системах увязано с целевым отбором пульпы ОС и двухстадийным упариванием с возвратом $TiCl_4$ до уровня инженерной реализации.
--	--	--

		<u>2) нет</u> 7.3 Является ли новыми? <u>1) да;</u> 2) нет 7.4 Уровень для применения: 1) узкий; 2) средний; <u>3) широкий</u> 7.3 Доказано ли в статье? <u>1) да;</u> 2) нет	Апробация и публикации. По теме диссертации опубликовано 5 статей, в том числе 2 – в журналах, индексируемых Scopus/Web of Science; 3 – в журналах, рекомендованных КОКСОН МОН РК; результаты доложены на 3 международных/отраслевых конференциях.
8.	Достоверность источников и предоставляемой информации	8.1 Выбор методологии - обоснован или методология достаточно описана: <u>1) да</u> 2) нет	Выбор методологии обоснован физико-химическими особенностями систем Fe–Ti–O и хлоридно-оксихлоридной среды процесса $TiCl_4$, а также требованиями промышленной воспроизводимости (минимизация гидролиза, fouling/коррозии и потерь $TiCl_4$ при целенаправленном концентрировании Nb). Применён комплекс согласованных методов: HSC-моделирование устойчивости фаз и (окси)хлоридов; XRD и SEM-EDS/WDS для минералого-фазовой локализации Nb; TG/DSC для подбора режима T–t прокала; лабораторно-укрупнённые испытания узла двухстадийного упаривания/конденсации; расчёт материальных балансов и технико-экономическая оценка. На основе выбранного подхода получены следующие технологические результаты: - разработаны рекомендации по рабочим диапазонам параметров двухстадийного упаривания и конденсации (сухой газовый режим, контроль точки росы и ΔT вдоль конденсаторов), а также по T–t прокала и последовательности стадий селективной гидрометаллургии (вкл. ТВР-экстракцию), обеспечивающие стабильность фазоразделения и возврат $TiCl_4 \geq 95\%$; - доказана технологическая эффективность предложенной схемы: формирование твёрдого остатка $\sim 19.5\%$ Nb при извлечении $\approx 23.84\%$ Nb в сухой остаток без ущерба для основного продукта; снижены риски гидролиза и отложений при корректном выборе материалов и режимов; - показано, что технология интегрируется в действующие линии производства $TiCl_4$ без значительных капитальных вложений (используются стандартные узлы — дистилляционный куб, каскад

			конденсаторов, тигельная печь, узел прокала), что повышает технико-экономические показатели за счёт уменьшения потерь $TiCl_4$ и монетизации Nb-потока.
		8.2 Результаты диссертационной работы получены с использованием современных методов научных исследований и методик обработки и интерпретации данных с применением компьютерных технологий <u>1) да</u> 2) нет	В работе использован комплексный подход, объединивший применение современных методов исследования и методов обработки и демонстрации научных данных.
		8.3 Теоретические выводы, модели, выявленные взаимосвязи и закономерности доказаны и подтверждены экспериментальным исследованием (для направлений подготовки по педагогическим наукам результаты доказаны на основе педагогического эксперимента): <u>1) да</u> 2) нет	В диссертации применён комплекс методов, обеспечивающий достоверность теоретических построений и воспроизводимость экспериментальных данных. Термодинамическая часть. Использовано моделирование в HSC Chemistry для систем Fe-Ti-O / Cl_2 с учётом веток FeO/Fe₂O₃, парциальных давлений и влажности газа: построены карты устойчивости Nb-содержащих оксидов/ (окси)хлоридов, обоснованы условия их переноса и аккумуляции в пульпе оросительного скруббера. Аналитика и верификация. Применялись XRD (идентификация фаз, подтверждение превращений при прокале), SEM-EDS/WDS (локализация и распределение Nb; «двухмодальная» картина — фон в Ti-оксидной матрице и локальные обогащения), TG/DSC (окна стабилизации Nb(V)-форм и дегидрохлорирование), XRF/химический анализ (балансовые концентрации). Сопоставление результатов по независимым методам показало согласованные тренды; расчётные положения не противоречат практике. Технологические испытания. Проведены лабораторные опыты узла двухстадийного упаривания/конденсации с сухим газовым режимом и заданным ΔT, последующим прокалом (T-t-атмосфера) и селективной гидрометаллургией. Получены воспроизводимые KPI: возврат $TiCl_4 \geq 95\%$, формирование твёрдого остатка с ~19.5% Nb и ориентир извлечения $\approx 23.84\%$ Nb в сухой остаток. Материальные балансы сходятся в пределах аналитической погрешности. Теоретические выводы, модели и выявленные закономерности (механизм локализации/переноса Nb, условия фиксации в пульпе

			ОС, стабилизация фаз Nb(V) при прокале) подтверждены экспериментально на физико-химических методах и на технологических испытаниях; методология описана достаточно подробно и обоснована.
		8.4 Важные утверждения <u>подтверждены</u> /частично подтверждены/не подтверждены ссылками на актуальную и достоверную научную литературу.	Полученные в ходе исследования результаты и выводы отражают содержание всех разделов и представлены в публикациях в рецензируемых международных и отечественных научных изданиях. Достоверность научных выводов не вызывает сомнений и согласуются с выводами, полученными другими авторами.
		8.5 Используемые источники литературы <u>достаточны</u> /не достаточны для литературного обзора.	В работе приведены список литературы из 165 наименования. Приведенные источники более чем достаточны для формирования литературного обзора диссертационной работы.
9.	Принцип практической ценности	9.1 Диссертация имеет теоретическое значение <u>1) да</u> 2) нет	Диссертация обладает значимым теоретическим вкладом: построена и обоснована механистическая модель поведения ниобия в системах Fe-Ti-O/Cl ₂ , связывающая параметры среды (Т, рО ₂ , влажность газа, ΔТ конденсации) с формой, локализацией и переносом Nb между фазами. Показаны рабочие диапазоны параметров для стабилизации оксидных форм Nb(V) и условий аккумуляции Nb в целевом потоке (пульпа ОС). Теоретические выводы подтверждены консилиентностью методов (HSC-моделирование, XRD, SEM-EDS/WDS, TG/DSC), что расширяет фундаментальные представления о термодинамических равновесиях и межфазных переходах в оксидно-хлоридных системах титана и редких металлов.
		9.2 Диссертация имеет практическое значение и существует высокая вероятность применения полученных результатов на практике <u>1) да</u> 2) нет	Совокупность теоретических и экспериментальных результатов подтверждает прикладной характер работы: предложенная технология целевого отбора и переработки пульпы оросительного скруббера с двухстадийным упариванием, возвратом TiCl ₄ ≥95%, прокалом и селективной гидрометаллургией решает производственные задачи действующих линий TiCl ₄ . Подход снижает гидролиз и отложения (fouling), минимизирует потери TiCl ₄ , формирует стабильный твёрдый продукт (~19.5% Nb) при извлечении ≈23.84% в сухой остаток. Используются стандартные узлы и рабочие диапазоны параметров, что обеспечивает высокую вероятность промышленного применения без существенных капитальных вложений и с ожидаемым улучшением технико-экономических показателей.

		9.3 Предложения для практики являются новыми? <u>1) полностью новые;</u> 2) частично новые (новыми являются 25-75%); 3) не новые (новыми являются менее 25%)	Практические рекомендации являются полностью новыми и сформулированы в универсальном виде. Их суть сводится к выделению технологически удобного потока, установлению понятных критериев его отбора, последовательной обработке с возвратом основного продукта в основной контур и одновременным концентрированием сопутствующего компонента, а также к поддержанию контролируемых условий, обеспечивающих стабильное разделение фаз и воспроизводимость результатов. Для внедрения предлагается опираться на существующую инфраструктуру и типовые решения, ограничиваясь минимально необходимой донастройкой. Реализацию целесообразно вести поэтапно: через пилотные испытания с кратким набором показателей эффективности и рисков, а затем — масштабировать при подтверждении достигнутых эффектов.
10.	10. Качество написания и оформления	Качество академического письма: <u>1) высокое;</u> 2) среднее; 3) ниже среднего; 4) низкое.	Качество академического письма высокое. Диссертационная работа соответствует всем требованиям, предъявляемым к таким работам и отличается внутренним единством. Разделы диссертационной работы логически объединены и направлены на решение поставленных задач.
11.	11. Замечания к диссертации	1) Единообразие обозначений: привести к одному стандарту индексы и символы (pO_2, pCl_2, $^{\circ}C$, формулы типа $FeO(OH)/FeOOH$), проверить отсутствие смещения латиницы/кириллицы в «C/C», «Cl/Cl». 2) Подписи к диаграммам (Келлога и др.): при первом упоминании явным текстом указать оси и принятые сокращения, чтобы читатель без труда ориентировался в графиках. 3) Для удобства восприятия добавить сводную таблицу «поток → форма Nb → операция удаления/извлечения», оставив в тексте только ссылки на неё.	
12.	12. Научный уровень статей докторанта по теме исследования (в случае защиты диссертации в форме серии статей официальные рецензенты комментируют научный уровень каждой статьи)	Публикации образуют цельную логическую линию: от термодинамического обоснования поведения ниобия и сопутствующих элементов — к минералого-фазовой верификации и далее к инженерным решениям по отбору и переработке пульпы оросительного скруббера. Каждая статья решает самостоятельную задачу (моделирование, микроструктурный анализ, технологические режимы, материальные балансы), при этом сквозные результаты согласованы между собой и воспроизводимы на разных наборах данных. Методическая часть изложена корректно: описаны условия расчётов, пробоподготовка и калибровка, дана перекрёстная верификация (модели ↔ XRD/SEM-EDS/WDS ↔ химический анализ потоков), визуальные материалы информативны и снабжены необходимыми метаданными (масштабы, легенды, параметры). В целом научный уровень статей оценивается как высокий; работы демонстрируют оригинальность постановки, достаточность доказательной базы и практическую ориентированность результатов. В качестве развития	

	докторанта по теме исследования)	портфеля на будущее можно рекомендовать расширение приложений с исходными файлами расчётов/спектров для повышения реплицируемости, без влияния на текущую оценку.
13.	13. Решение официального рецензента	Диссертационная работа Сарсембекова Т.К. на тему «Разработка технологии извлечения соединений ниобия в процессе производства тетрахлорида титана» выполнена в полном объёме, соответствует всем требованиям, предъявляемым к диссертациям на соискание степени доктора философии (PhD), обладает научной новизной, актуальностью и высокой практической значимостью. Представленная работа заслуживает присуждения степени PhD по образовательной программе 6D070900 – Metallurgy.

Доктор PhD,
 Ассоциированный профессор, профессор кафедры
 «Металлургия и обогащение полезных ископаемых» НАО
 «Восточно-Казахстанский технический университет им. Д. Серикбаева»



Абдулина С.А.